

Atropin, Homatropin, Metilhomatropin, Tropin ve Metiltropin'in İnce Tabaka Kromatografisi ile Teşhisi

Identification of Atropine, Homatropine, Methylhomatropine, Tropine
and Methyltropine by Thin-layer Chromatography

Kasım Cemal GÜVEN ve Atilla HINCAI.*

G İ R İ Ş

Tropan grubu alkaloidlerinin teşhisine ait reaksiyonlardan en önemlisi Dioscorido Vitali'nin 1818 de bulduğu reaksiyondur. Bu, nitrik asitle yapılan oksidasyonu takiben alkali ile muamele sonunda elde edilen menekşe rengine dayanır. Vitali reaksiyonu üzerine birçok miktar tayini metodu geliştirilmiştir.

Atropin ve homatropin'in kâğıt ve ince tabaka kromatografisi ile teşhisine ait birçok çalışma vardır.

Atropin (tropin-tropa asidi esteri): Son senelerde geliştirilen ince tabaka kromatografisi ile teşhisine ait yapılan çalışmalarda nötr kieselgel, alkali kieselgel, aluminium oksid, formamid ile empregne edilmiş sellüloz adsorban olarak kullanılmıştır. Nötr kieselgel'de dimetilformamid: dietilamin: etanol: etilasetat (1:1:6:12), n/2 KOH ile alkalilendirilmiş kieselgel'de ise etanol (% 70): amonyak (% 25) (99:1), formamid empregne edilmiş sellüloz üzerinde de heptan: dietilamin (500:1), benzol: heptan: kloroform: dietilamin (6:5:1:0.02) sürükleyicileri denenmiştir (1). Denenen diğer sürükleyici karışımları şunlardır: kloroform: aseton: dietilamin (5:4:1), kloroform: dietilamin (9:1), benzol: etilasetat: dietilamin (7:2:1), sikloheksan: dietilamin (9:1), sikloheksan: kloroform: dietilamin (5:4:1). Bu çalışmada atropin ile homatropin için elde edilen R_f değerleri birbirine oldukça yakındır (2). Ayrıca metiletiketone: etanol: amonyak (% 7) (6:3:1) (3), kloroform: n-butanol: metanol:

* Galenik Farmasi Kürsüsü, Eczacılık Fakültesi, Üniversite, İstanbul

amonyak (% 10) (12:9:9:1) (4) karışımları solanase alkaloidleri için iyi bir sürükleyici olarak bildirilmiştir. Yeni bir çalışmada da ince tabaka kromatografisi ile belladon kökündeki alkaloidin dozajına ait bir metod bildirilmektedir (5).

Homatropin (tropin-mandelik asid esteri): İnce tabaka kromatografisi ile atropin yanında tayinine ait metod yukarda zikredilmiştir (2). Bu metod ile elde edilen Rf değerlerinin birbirine yakın olduğuna da işaret etmiştik.

Metilhomatropin (metiltropin-mandelik asid esteri): Bu maddenin ince tabaka kromatografisi ile tayinine ait çalışmaya ise literatürde rastlamadık. Yalnız kağıt kromatografisi ile teşhisine ait çalışma vardır. Burada S_x S. 2043 b kâğıdı ve sürükleyici olarak n-butanol: buzlu sirke asidi: su (40:8:10) kullanılmıştır (Rf 0,56) (6).

Tropin (atropin ve homatropin'in hidroliz mahsulü): İnce tabaka kromatografisi ile teşhisine ait çalışmalar atropin'in aynı metodla tayinine paralel olarak yürütülmüştür (2, 3).

Metiltropin (metilhomatropin'in hidroliz mahsulü): Bu maddenin ince tabaka kromatografisi ile tayinine ait literatürde bir bilgiye rastlamadık.

D E N E L K İ S İ M

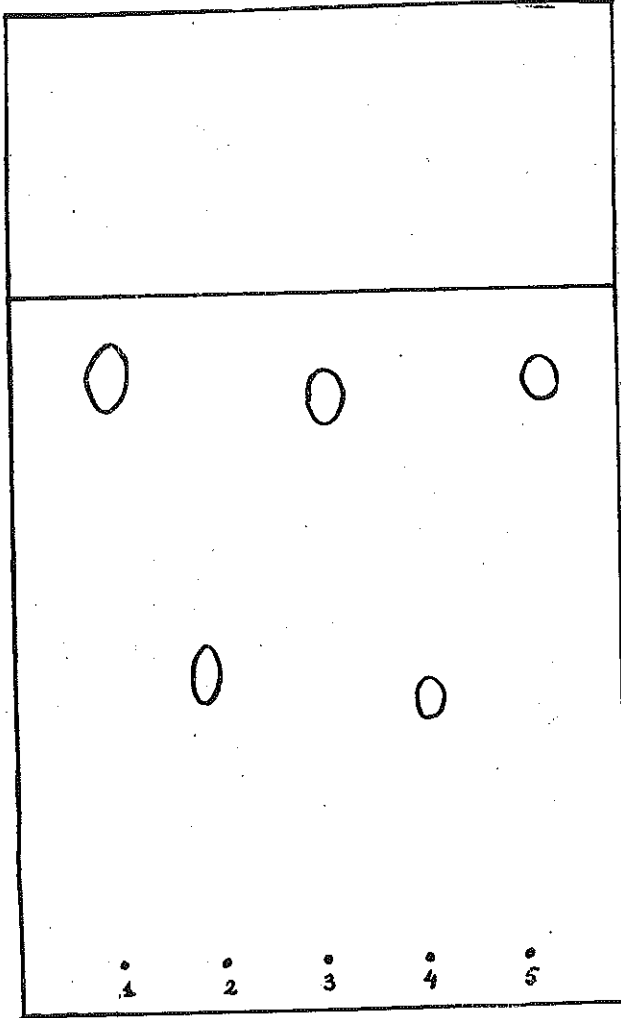
Biz bu çalışmamızda ince tabaka kromatografisi üzerinde literatürde az malûmata rastladığımız sentetik tropan alkaloidlerinden homatropin ile hakkında malûmata rastlamadığımız metilhomatropin'in, atropin yanında teşhisine ve bunların parçalanma mahsulü olan tropin ve metiltropin'in tefrikine çalıştık. Bu tabii ve sentetik alkaloidler için yukarıda zikredilen literatürlerde (1,2) kayıtlı sürükleyicilerden başka denenen sürükleyici karışımlar [*] ile nötr kieselgel ince tabakası üzerinde yapılan denemelerde iyi sonuç alınmamıştır. Buna mukabil kieselgel ince tabakası yerine nötr aluminium oksid G (E. Merck) ince tabakası kullanılıncaya iyi sonuç alınmıştır.

Bu çalışmalarda denenen püskürtme reaktifine gelince: Umumi bir alkaloid reaktifi olan ve çok kullanılan Dragendorff reaktifi burada iyi

[*] Sürükleyici karışımı olarak denenen çözeltiler: piridin: su (1:3), (1:4), (1:7), metanol: su: piridin (30:15:55) (10:85:5), (10:20:70), etanol: piridin: su (10:40:50), (20:30:50), (5:60:35).

sonuç vermemiştir. Buna mukabil iodoplatinat reaktifi, bu denemelerde iyi sonuç vermiştir.

Kromatografi için ince tabakanın hazırlanması: 30 g alüminyum oksit 35 g su ile karıştırılır, 10×20 ebadında 5 cam levha üzerine özel yayıcısı ile yayılır ve 120° de yarım saat tutularak kurutulur. Tatbikten önce bu alüminyum oksit G ince tabakasını aktive etmek için 120° de 15 dakika tutmak ve oda temperaturüne inene kadar desikatör de bekletmek icab eder. Ancak bundan sonra kromatografi için kullanılır.



Şekil 1. Tropan alkaloidlerinin ince tabaka kromatogramı: 1 atropin, 2 tropin, 3 metilhomatropin, 4 metiltropin, 5 homatropin.

Sürükleyici karışım: etanol:piridin: su (10:60:40)

t°: 26°C

Sürükleme süresi: 2 saat

Bu şekilde yapılan çalışmada bulunan Rf değerleri aşağıda ve buna ait kromatogram (Şekil 1) de gösterilmiştir. Atropin 0.89, homatropin 0.87, metilhomatropin 0.84, tropin 0.43, metiltropin 0.38.

Ö Z E T

Bu çalışmada tropan alkaloidlerinden atropin ile homatropin ve metilhomatropin'le bunların hidroliz mahsulü olan tropin ve metiltropin'in ince tabaka kromatografisi ile tesbitine ait bir metod bildirilmektedir: Bunun için aluminium oksid G ince tabakası ve sürükleyici olarak etanol: piridin: su (10:60:40) karışımı kullanılmıştır. Bu şekilde literatürde tayinine ait malûmata rastlanmayan metilhomatropin ile tayini için kâfi metod bildirilmeyen homatropin'in atropin yanında teşhisi yapılabileceği bildirilmektedir.

S U M M A R Y

A thin-layer chromatographic investigation of some tropan alkaloids — atropine, homatropine, methylhomatropine and their hydrolysis products e. g. tropine and methyltropine has been made.

The best results were obtained with aluminium oxide G (Merck) films; the solvent system used was ethanol: pyridine: water (10:60:40), the average time required for development is two hours at 26°C. Silica gel was not suitable. A chromatogram obtained under these conditions is shown in Figure 1. The Rf values of the substances are as follows: atropine 0.89, homatropine 0.87, methylhomatropine 0.84, tropine 0.43, methyltropine 0.38.

L İ T E R A T Ü R

1. Treichert, K., Mutshler, E., Rochelmeyer, H., Dtsch. Apoth. Ztg., 100, 477 (1960).
2. Waldi, D., Schaackerz, K., Munter, F., J. Chromatography, 6, 61 (1961).
3. Oswald, N.: Getrennte Bestimmung der Tropan und Cinchona Alkaloide mittels Dünnschichtchromatographie, Diss. ETH Zurich (1963)-Ref. Pharm. Acta Helv., 40, 292 (1965).
4. Kamp, W., Onderberg, W. J. M., Van Ster, W. A., Pharm. Weekb., 98, 993 (1963).
5. Buchi, J., Zimmermann, A., Pharm. Acta Helv., 40, 292, 301, 395 (1965).
6. Szendey, G., Bayer, L., Acta Pharm. hung., 27, 131 (1957)-Ref. C. 1958, 10718.

(Redaksiyona verildiği tarih: 9 Kasım 1965)